

## ⑫ 公開特許公報(A)

昭63-319263

⑥ Int. Cl.<sup>4</sup>C 04 B 35/58  
C 22 C 29/16

識別記号

1 0 2

庁内整理番号

G-7158-4G  
6735-4K

④ 公開 昭和63年(1988)12月27日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑬ 発明の名称 窒化ケイ素系セラミックス

⑭ 特 願 昭62-154362

⑮ 出 願 昭62(1987)6月23日

⑯ 発 明 者 五 戸 康 広 神奈川県川崎市幸区小向東芝町1 株式会社東芝総合研究  
所内  
⑯ 発 明 者 米 澤 武 之 神奈川県川崎市幸区小向東芝町1 株式会社東芝総合研究  
所内  
⑯ 発 明 者 大 沼 佳 之 神奈川県川崎市幸区小向東芝町1 株式会社東芝総合研究  
所内  
⑯ 発 明 者 井 上 寛 神奈川県川崎市幸区小向東芝町1 株式会社東芝総合研究  
所内  
⑰ 出 願 人 株 式 会 社 東 芝 神奈川県川崎市幸区堀川町72番地  
⑱ 代 理 人 弁 理 士 則 近 憲 佑 外1名

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

窒化ケイ素系セラミックス

## 2. 特許請求の範囲

窒化ケイ素-添加物系の焼結体からなる窒化ケイ素系セラミックスにおいて、添加物の反応により形成される焼結体中の粒界第2相中および窒化ケイ素粒子の内部に2~30重量%の窒化チタンあるいはチタン金属微粒子が分散していることを特徴とする窒化ケイ素系セラミックス。

## 3. 発明の詳細な説明

〔発明の目的〕

(産業上の利用分野)

本発明は常温においても、また高温においても機械的性質の優れた窒化ケイ素を主成分とするセラミックス焼結体に関する。

(従来技術)

窒化ケイ素系セラミックスは高強度で耐熱性、耐食性が高いなどの優れた特徴をもつセラミックスとして知られている。しかしながら、構造材料

として実用化するには破壊靱性値が低く、また特に高温において強度が低下するという問題がある。

(発明が解決しようとする問題点)

窒化ケイ素系セラミックスにおいては、高温における強度低下と低い破壊靱性値が問題として残っている。

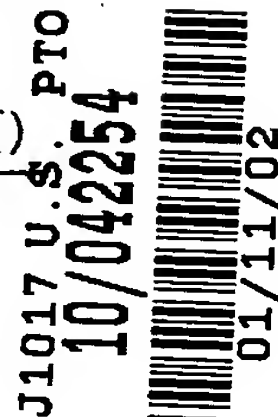
本発明の目的は上記した問題点を解決し、機械的特性の優れた窒化ケイ素系セラミックスを提供しようとするものである。

〔発明の構成〕

(問題点を解決するための手段と作用)

本発明の窒化ケイ素-添加物系の焼結体からなる窒化ケイ素系セラミックスは、添加物の反応により形成される焼結体中の粒界第2相中および、窒化ケイ素粒子内部に窒化チタンあるいはチタン金属を含むことを特徴とする。

窒化ケイ素粉末に焼結添加物として、酸化イットリウム、酸化アルミニウムなどを混合する際に、窒化チタン、金属チタンあるいは、焼結のための加熱時に窒化チタンもしくは、還元されて金属チ



タンに変る酸化チタン等の微粒子を同時に加えた粉末をつくり、焼結することによって、添加物の反応により形成される焼結体中の粒界第2相中および、窒化ケイ素粒子内部に窒化チタンあるいはチタン金属を含む窒化ケイ素系セラミックスをつくることができる。窒化チタンあるいはチタン金属は窒化ケイ素および、焼結添加物と反応せず、微粒子として存在し、また窒化ケイ素とのなじみがいいため窒化ケイ素粒子内部にも微粒子として存在することができるのである。

このような粒界第2相中および、窒化ケイ素粒子内部に窒化チタンあるいはチタン金属を含む窒化ケイ素系セラミックスは、焼結体に応力がかかって、破壊するとき、亀裂が窒化チタンあるいはチタン金属粒子によって曲げられ、あるいは分岐するため、破壊エネルギーの増大をもたらし、破壊靱性値の向上および、高温における強度の劣化を防止する作用をする。特に、この窒化チタンあるいは金属チタンは窒化ケイ素粒子内部にも存在するため、この作用が強くはたらく。よって、

- 3 -

上記によって得た焼結体につき、抗折強度及び破壊靱性値をそれぞれ測定した結果を併せて表に示した。

なお、抗折強度は3点曲げ強度試験によるもので試料サイズ3×4×40mm、試験条件はクロスヘッドスピード0.5mm/分、スパン30mm、温度は常温及び1200℃とし各温度での測定は8回行いその平均値で示した。また破壊靱性値(K<sub>IC</sub>)はJIS R1601に基づきダイヤモンドカッターにて試料面中央部に幅0.3mm 深さ0.75mmのU溝をつけスパン30mm、クロスヘッドスピード0.5mm/minの条件により常温で実験し、次式に従って求めた。

$$K_{IC} = Y \sigma a^{1/2}$$

Y : 形状因子

σ : 曲げ強度

a : 亀裂長さ

表より炭化ケイ素ウィスカーと添加物の重量割合が30%以内であれば常温、高温ともに強度が高く、破壊靱性値も優れていることがわかる。

- 5 -

破壊靱性の向上と同時に高温強度も優れた焼結体を得られる。

#### (実施例)

平均粒径1.0μ酸化イットリウム(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)、平均粒径0.5μアルミナ(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)、平均粒径1.0μ窒化アルミニウム(AlN)、平均粒径0.5μ酸化チタンおよび平均粒径0.6μ窒化チタンをそれぞれ表に示す組成に選り、溶媒としてn-ブタノールを用いてゴムライニングボールミルにて約24時間混合を行い、参考例を含めて、10種の原料粉末を調整した。

原料粉末を1780℃、300kg/cm<sup>2</sup>の条件で90分間ホットプレスした。また、原料粉末にステアリン酸(粘結剤)を重量比で7%それぞれ添加配合し700kg/cm<sup>2</sup>の成形圧で長さ60mm 幅40mm 厚さ10mmの棒状成形体を得た。この成形体につき、まず700℃で加熱処理を施し、粘結剤を揮発除去後、窒素ガス雰囲気下でそれぞれ表に示す温度で120分間常圧焼結を行い、窒化ケイ素系セラミックス焼結体を得た。

- 4 -

#### [発明の効果]

以上説明したように本発明の窒化ケイ素系セラミックスは破壊靱性値、並びに高温強度がともに優れたものである。

以下余白

—368—

- 6 -

表

| 試料    | 原料組成 (重量%)       |                               |                                |     |                  |                  | 燒結法 | 溫度   |     | 抗折強度 (kg/mm <sup>2</sup> ) |  | 破壊靱性値<br>(MPa <sup>1/2</sup> ) |
|-------|------------------|-------------------------------|--------------------------------|-----|------------------|------------------|-----|------|-----|----------------------------|--|--------------------------------|
|       | ZrO <sub>2</sub> |                               |                                |     |                  |                  |     | ℃    |     | 常溫                         |  |                                |
|       | SiO <sub>2</sub> | Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | AcN | TiO <sub>2</sub> | ZrO <sub>2</sub> |     |      |     |                            |  |                                |
| 実施例 1 | 84               | 2                             | 2                              | 2   | 10               | 0                | HP* | 1750 | 110 | 90                         |  | 9.4                            |
| 実施例 2 | 82               | 6                             | 2                              | 5   | 5                | 0                | NS† | 1820 | 106 | 98                         |  | 9.2                            |
| 実施例 3 | 83               | 5                             | 2                              | 0   | 0                | 10               | HP* | 1760 | 128 | 105                        |  | 10.5                           |
| 実施例 4 | 66               | 7                             | 2                              | 5   | 20               | 0                | NS† | 1800 | 101 | 89                         |  | 8.9                            |
| 実施例 5 | 84               | 6                             | 0                              | 0   | 10               | 0                | HP* | 1750 | 135 | 110                        |  | 10.5                           |
| 実施例 6 | 82               | 10                            | 0                              | 0   | 0                | 8                | HP* | 1720 | 118 | 99                         |  | 9.3                            |
| 実施例 7 | 60               | 5                             | 2                              | 3   | 0                | 30               | NS† | 1750 | 105 | 92                         |  | 9.1                            |
| 参考例 1 | 92               | 5                             | 2                              | 0   | 0                | 0                | HP* | 1770 | 88  | 66                         |  | 6.1                            |
| 参考例 2 | 88               | 7                             | 5                              | 0   | 0                | 0                | NS† | 1800 | 69  | 53                         |  | 5.9                            |
| 参考例 3 | 90               | 5                             | 0                              | 5   | 0                | 0                | NS† | 1790 | 80  | 62                         |  | 6.6                            |

\*: ホットプレス  
+: 常圧焼結